

**NEW LABDENOIC ACID ETHYL ESTER AND PERFUME COMPOSITION
CONTAINING THE SAME**

Publication number: JP7238059

Publication date: 1995-09-12

Inventor: TAJIMA KATSUHIKO; YAMAMOTO JUNKO; ETSUNO
JIYUNJI; FUJIKURA YOSHIKI; TOI SUNAO

Applicant: KAO CORP

Classification:

- international: **C07C69/608; C11B9/00; C07C69/00; C11B9/00; (IPC1-
7): C07C69/608; A61K7/46; C11B9/00**

- european:

Application number: JP19940052725 19940225

Priority number(s): JP19940052725 19940225

Report a data error here

Abstract of JP7238059

PURPOSE: To obtain a new labdenoic acid ethyl ester having balsamic animal-like fragrance useful for a perfume, a cologne, a soap, etc. **CONSTITUTION:** This labdenoic acid ethyl ester is 3,4,4alpha,5,6,7,8,8alpha- octahydro-beta,2,5,5,8alpha-pentamethyl-1-naphthalenepentanoic acid ethyl ester expressed by formula I. The compound of formula I is obtained e.g. by the dehydration of labdanolic acid of formula II followed by ethyl esterification. Further, a perfume composition is obtained by compounding the labdenoic acid ethyl ester in an amount of ≥ 40 wt. %.

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-238059

(43) 公開日 平成7年(1995)9月12日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

C 0 7 C 69/608

9279-4H

A 6 1 K 7/46

3 8 5 K

C 1 1 B 9/00

U 2115-4H

審査請求 未請求 請求項の数 3 F D (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平6-52725

(22) 出願日 平成6年(1994)2月25日

(71) 出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(72) 発明者 太島 勝比古

千葉県千葉市美浜区高浜4-10-25-108

(72) 発明者 山本 順子

和歌山県和歌山市砂山南1-3-9-105

(72) 発明者 越野 准次

和歌山県那賀郡岩出町中黒446-18

(72) 発明者 藤倉 芳明

栃木県宇都宮市富士見が丘1丁目3-6

(72) 発明者 戸井 直

千葉県佐倉市中志津6丁目16-13

(74) 代理人 弁理士 田治米 登 (外1名)

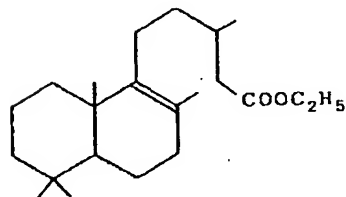
(54) 【発明の名称】 新規なラブデノイック酸エチルエステル及びこれを含有する香料組成物

(57) 【要約】

【目的】 バルサミックアニマル様香気を有する新規な化合物を提供する。

【構成】 バルサミックアニマル様香気を有する新規な化合物は、式(1)

【化1】



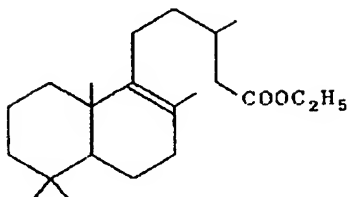
で表される構造を有する。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 式(1)

【化1】



で表されるラブデノイック酸エチルエステル。

【請求項2】 請求項1記載のラブデノイック酸エチルエステルを含有することを特徴とする香料組成物。

【請求項3】 ラブデノイック酸エチルエステルを少なくとも40重量%含有する請求項2記載の香料組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、バルサミックアニマル様香気を有する新規なラブデノイック酸エチルエステル及びこの化合物を含有する香料組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来、単一化合物でバルサミックアニマル様香気を有するものは知られていない。従って、調合香料にバルサミックアニマル様香気を賦与する場合、バルサム様香気を有するベンゾインレジノイド、バルサムペルーあるいはバルサムトルーなどの天然香料と、アニマル様香気を有するアンバークリスなどの天然香料やアンブロックスなどの合成香料とを組み合わせ使用することが行われている。あるいは、バルサム様香気とアニマル様香気とを併せ持つ天然香料の一種であるラブダナムレジノイドを使用することも行われている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、上述のように調合香料にバルサミックアニマル様香気を賦与するために、バルサム様香気、アニマル様香気又はそれら両方の香気を併せ持つ天然香料を使用すると、それらの天然香料は所期の香気以外の香気も有するため、調合香料が好ましくない香調を帯びる場合がある。従って、従来より、バルサミックアニマル様香気を有する単一化合物が強く求められていた。

【0004】 本発明は、以上のような従来技術の課題を解決しようとするものであり、バルサミックアニマル様香気を有する新規な化合物を提供することを目的とする。

【0005】

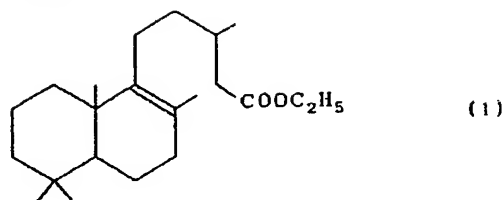
【課題を解決するための手段】 本発明者は、天然のラブダナムガムに化学的処理を施すことによりバルサミックアニマル様香気を有する単一の化合物が得られることを見出し、本発明を完成させるに至った。

【0006】 即ち、本発明は、式(1)

2

【0007】

【化2】



10 で表される新規な化合物、即ち、3, 4, 4 α , 5, 6, 7, 8, 8 α -オクタヒドロ- β , 2, 5, 5, 8 α -ペンタメチル-1-ナフタレンペンタノイック酸エチルエステル〔以下、ラブデノイック酸エチルエステルと称する〕を提供する。

【0008】 式(1)のラブデノイック酸エチルエステルは新規な化合物である。そして、それ自体でバルサミックアニマル様香気を有し、種々の調合香料の原料として非常に有用なものである。

20 【0009】 式(1)のラブデノイック酸エチルエステルは、天然植物である *cistus ladanifer* us. L. の枝や葉をアルカリ水中で煮沸することにより得られるラブダナムガムに、以下に説明するような化学処理を施すことにより得ることができる。

【0010】 まず、ラブダナムガムをエタノール抽出し、そのアルコール抽出液を濾過し、濾液からエタノールを留去することにより残渣としてラブダナムレジノイドを得る。

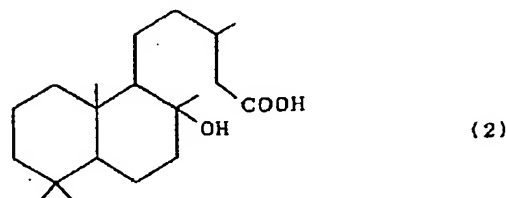
【0011】 次に、ラブダナムレジノイドをスミス蒸留（蒸留条件例：140~180℃/0.05 Torr）し、得られる留分をシリカゲルを用いたカラムクロマト法（溶出溶媒例：ペンタン/ジエチルエーテル（90/10（V/V））混合溶媒）により展開して所定の分画部の溶出液を得、これを濃縮し、その濃縮物をHPLCで分取することにより本発明の式

（1）のラブデノイック酸エチルエステルを得る。

【0012】 このようにラブダナムレジノイドから式（1）の化合物が得られる理由は、ラブダナムガムには、式（2）

【0013】

40 【化3】



のラブダノリック酸 (labdanolic acid) が含まれていることが知られており、この酸化合物

50 が、上述の化学処理により脱水反応とエステル化反応と

を被るためと考えられる。

【0014】なお、上述のラブダナムガムもしくはラブダナムレジノイドとして、市販のものを使用してもよい。

【0015】本発明の式(1)のラブデノイック酸エチルエステルは、前述したようにバルサミックアニマル様香気を有する。従って、式(1)の化合物は、バルサミックアニマル様香気を有する香料組成物を調製する場合に好ましく使用することができる。この場合、式(1)の化合物の香料組成物中の配合量は、目的とする香気により異なり、バルサミックアニマル様香気を強調したい場合には、好ましくは少なくとも40重量%、より好ましくは45~60重量%とする。

【0016】このような香料組成物は、香水、コロ、石鹸、シャンプー、リンス、身体洗浄剤、洗剤、化粧品、スプレー、浴剤、芳香剤等に賦香する場合に好ましく使用することができる。

【0017】

【作用】本発明の式(1)のラブデノイック酸エチルエステルは、それ自体でバルサミックアニマル様香気を有する。従って、種々の調合香料にバルサミックアニマル様香気を簡便に賦与することが可能となる。

【0018】

【実施例】以下、本発明を実施例に基づいて具体的に説明する。

【0019】実施例1

100gのラブダナムレジノイド(ピオランデステクノロジー社製)をスミス蒸留(140~185℃/0.05 Torr)することにより40gの留分を得た。

【0020】得られた留分3gを、シリカゲル(WAKO GEL C-300)を用いたカラムクロマトグラフィー技術により、まずペンタン300mlで溶出させ、続いてペンタン/ジエチルエーテル混合溶媒(90/10 (v/v))200mlで溶出させた。溶出液は3ml毎に分画した。その7番目の分画溶出液を濃縮して0.8gの濃縮物を得た。

【0021】得られた濃縮物0.8gをHPLC(分取条件:溶媒 ヘキサン/ジエチルエーテル(95/5 (v/v));使用カラム Hibar column RT (LiChrosorb S160)、Merck社製)で処理することにより、バルサミックアニマル(アンバー)様香気を有する本発明のラブデノイック酸エチルエステルを100mg(純度95%)得た。以下に、この化合物の同定データを示す。

【0022】

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3) δ (ppm): 0.83 (3H, s), 0.87 (3H, s), 0.93 (3H, s), 0.97 (3H, d), 1.05~1.2 (1H, m), 1.25 (3H, t), 1.2~1.5 (5H, m), 1.54 (3H, s), 1.59~2.4 (12H, m) 及び 4.1 (2H, q)。

【0023】

$^{13}\text{C-NMR}$ (CDCl_3) δ (ppm): 14.3, 19.1×2, 19.5, 19.6, 20.1, 21.7, 25.5, 31.4, 33.3×2, 33.6, 37.0, 37.3, 39.0, 41.8, 41.9, 51.9, 60.1, 125.6, 140.6 及び 173.3。

【0024】MS (70eV): 191 (100), 95 (64), 41 (58), 121 (38), 109 (37), 319 (33), 55 (32), 107 (26), 81 (26) 及び 135 (24)。

【0025】IR (cm^{-1}): 1770 (C=O)。

【0026】実施例2及び比較例1

表1に示す配合の石鹸用香料組成物を常法により製造した。比較例1は、ラブデノイック酸エチルエステルに代えて実質的に無臭のフタル酸ジエチルを使用したものである。なお、表中、レモンベースは花王株式会社製の合成精油を使用した。

【0027】

【表1】

成分名	使用量 (重量部)	
	実施例2	比較例1
レモンベース	50	50
酢酸ベンジル	100	100
フェニルエチルアルコール	100	100
ゼラニウム油 (アフリカ産)	20	20
酢酸トリシクロデセニル	100	100
合成サンダル (ボルニルメトキシシクロヘキサノール)	60	60
クマリン	20	20
オイゲノール	50	50
ラブデノイック酸エチルエステル	500	0
フタル酸ジエチル	0	500

5

実施例2及び比較例1の香料組成物の香気を比較検討した結果、実施例2の香料組成物は非常にバルサミックアニマル様香気が強調されたものとなり、しかも、比較例1の香料組成物に比べ、スイート感とリッチ感が強調されたものであった。

【0028】

6

【発明の効果】本発明の新規なラブデノイック酸エチルエステルは、それ自体でバルサミックアニマル様香気を有する。従って、このラブデノイック酸エチルエステルを種々の調合香料に添加することにより、その調合香料にバルサミックアニマル様香気を簡便に賦香することができる。

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKewed/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.